

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-158336

(43)Date of publication of application : 16.06.1998

(51)Int.Cl.

C08F220/00

C09D 5/03

C09D 7/06

C09D133/00

(21)Application number : 08-321642

(71)Applicant : KYOEISHA CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 02.12.1996

(72)Inventor : KOSAKA KAORU
URAMATSU YUKIO

(54) ACRYLIC COPOLYMER AND LEVELING AGENT FOR POWDER COATING MATERIAL CONTAINING THE SAME COPOLYMER AS COMPONENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject copolymer which can effectively be used as a leveling agent for powder coating materials by synthesizing the copolymer so as to comprise at least two kinds of structural units and have a number-average molecular weight in a specific range.

SOLUTION: This copolymer comprises (A) at least one kind of structural unit between a 2-22C alkyl(meth)acrylate and a 2-22C alkenyl(meth)acrylate and (B) structural unit of isocyanate-modified acrylic acids to which a monocarboxylic acid or a monoamine is bonded, and the copolymer has 4,000 to 100,000 number-average molecular weight. Lauryl (meth)acrylate, butyl(meth)acrylate, etc., is preferably used as the structural unit A. The copolymer preferably comprises the structural units A and B and further, (C) a structural unit comprising a (meth)acrylate group [e.g. a 2-4C hydroxyalkyl(meth)acrylate] having functionality to diisocyanate.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The acrylic macromolecule copolymerization object which the alkyl (meta) acrylate of 2-22 and the carbon number of an ARUKENIRU machine consist [the carbon number of an alkyl group] of at least one sort of structural units (A) of the 2 - 22 ARUKENIRU (meta) acrylate, and a structural unit (B) of the isocyanate denaturation acrylics which the monocarboxylic acid or the monoamine combined, and is characterized by number average molecular weight being 4,000-100,000.

[Claim 2] The acrylic macromolecule copolymerization object which consists of a structural unit (A) according to claim 1 and a structural unit (C) which consists of acrylate which has a functional group [as opposed to a structural unit (B) and diisocyanate similarly] (meta), and is characterized by number average molecular weight being 4,000-100,000.

[Claim 3] The aforementioned structural unit (C) Hydroxyalkyl (meta) acrylate (carbon numbers 2-4 of a hydroxyalkyl machine), Alkyl monochrome alkylene glycol (meta) acrylate (carbon numbers 1-12 of an alkyl group), ARUKENIRU monochrome alkylene glycol (meta) acrylate (carbon numbers 1-12 of an ARUKENIRU machine), Alkyl ARUKENIRUMONO alkylene glycol (meta) acrylate (carbon numbers 1-12 of an alkyl ARUKENIRU machine), Alkyl polyalkylene glycol (meta) acrylate (the carbon numbers 1-12 of an alkyl group, carbon numbers 2-4 of a polyalkylene glycol machine), ARUKE nil polyalkylene glycol (meta) acrylate (the carbon numbers 1-12 of an ARUKENIRU machine, carbon numbers 2-4 of a polyalkylene glycol machine), The acrylic macromolecule copolymerization object according to claim 2 characterized by being at least one kind chosen from alkyl ARUKENIRU polyalkylene glycol (meta) acrylate (the carbon numbers 1-12 of an alkyl ARUKENIRU machine, carbon numbers 2-4 of a polyalkylene glycol machine).

[Claim 4] The leveling agent for powder coatings which uses as a component the copolymerization object which contains at least one sort of structural units (A) of alkyl (meta) acrylate and the ARUKENIRU (meta) acrylate, and the structural unit (B) of the isocyanate denaturation acrylics which the monocarboxylic acid or the monoamine combined in a polymerization chain.

[Claim 5] The leveling agent for powder coatings according to claim 4 characterized by being acrylate (meta) which the structural unit (B) denaturalized the functional group of the acrylate (meta) to diisocyanate which ***** by diisocyanate, and made combine a monocarboxylic acid or a monoamine.

[Claim 6] The leveling agent for powder coatings according to claim 4 characterized by using the copolymerization object with which the structural unit (C) which consists of acrylate (meta) to diisocyanate which ***** is contained in the aforementioned polymerization chain as a component.

[Claim 7] The leveling agent for powder coatings according to claim 6 characterized by being those with acrylate (meta) which the structural unit (B) denaturalized the functional group of the acrylate (meta) to diisocyanate which ***** by diisocyanate, and made combine a monocarboxylic acid or a monoamine, and acrylate (meta) which the structural unit (C) left this functional group with native.

[Claim 8] The leveling agent for powder coatings according to claim 4 or 6 characterized by the congealing point of this copolymerization object being 30 degrees C or more.

[Claim 7] The leveling agent for powder coatings according to claim 4 or 6 characterized by the weight ratios of a structural unit (A) and a structural unit (B) being 30 - 80 weight section and 70 - 20 weight section.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the leveling agent for powder coatings which uses a new acrylic macromolecule copolymerization object and its copolymerization object as a component.

[0002]

[Description of the Prior Art] Since a non-drainage system paint, especially powder coatings were generally inferior in leveling nature, they were difficult to use it for the use of which high appearance is required. However, recently, from the environmental pollution control measure, the use of powder coatings is expanded as what is replaced with a solvent system paint, and the more highly efficient leveling agent is called for in connection with it.

[0003] For this reason, the acrylic leveling agent is proposed conventionally. For example, the leveling agent suitable for the nonsolvent liquid paint is indicated by JP,44-9570,B. As for the intermediary, the mixture of a flax id wax and an acrylate (meta) system copolymer is proposed by for example, the JP,59-84954,A official report at the leveling agent of powder coatings.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] however, the use effect of the leveling agent in a solvent system paint although a certain amount of [the leveling agent of the conventional powder coatings] leveling effect is accepted -- ** -- if compared, only the remarkably inferior paint appearance is acquired For this reason, it is the cause to which the use of powder coatings is limited.

[0005] this invention solves the above-mentioned conventional trouble, offers the new matter useful as a leveling agent for powder coatings, and offers the leveling agent for powder coatings which uses the new matter as a component further.

[0006]

[Means for Solving the Problem] The artificer of this invention predicted that an acrylic macromolecule polymerization object was effective as a leveling agent in a paint, especially powder coatings, as a result of compounding various kinds of acrylic macromolecule polymerization objects and a copolymerization object on the basis of the prediction and conducting the performance-evaluation experiment as a leveling agent for powder coatings on it, finds out the new acrylic macromolecule copolymerization object which has the outstanding performance, and came to complete this invention.

[0007] The alkyl (meta) acrylate of 2-22 and the carbon number of an alkenyl machine consist [the carbon number of an alkyl group] of at least one sort of structural units (A) of the 2 - 22 alkenyl (meta) acrylate, and a structural unit (B) of the isocyanate denaturation acrylics which the monocarboxylic acid or the monoamine combined, and the acrylic macromolecule copolymerization object of this invention according to claim 1 is characterized by number average molecular weight being 4,000-100,000.

[0008] As the alkyl (meta) acrylate of a structural unit (A), and alkenyl (meta) acrylate For example, methyl (meta) acrylate, ethyl (meta) acrylate, n-propyl (meta) acrylate, isopropyl (meta) acrylate, n-butyl (meta) acrylate, isobutyl (meta) acrylate, Hexyl (meta) acrylate, 2-ethylhexyl (meta) acrylate, Isodecyl (meta) acrylate, lauryl (meta) acrylate, cyclohexyl (meta) acrylate, stearyl (meta) acrylate, benzyl (meta) acrylate, and isobornyl (meta) acrylate mention, and it is *****. Lauryl (meta) acrylate, butyl (meta) acrylate, and 2-ethylhexyl (meta) acrylate are desirable for the use as a leveling agent for powder coatings especially.

[0009] The isocyanate denaturation acrylics of a structural unit (B) have for example, 2-isocyanate ethyl methacrylate and a METAKU roil isocyanate. As a monocarboxylic acid furthermore combined with the isocyanate denaturation acrylics of a structural unit (B), 12 or more carbon numbers are desirable, for example, there are a lauric acid, a myristic acid, a palmitic acid, stearin acid, behenic acid, a benzoic acid, etc. Similarly, as a monoamine, the thing of the 1st class or the 2nd class is good, and there are a lauryl amine, a stearyl amine, an oleyl amine, a benzylamine, an aniline, a distearyl amine, etc.

[0010] The acrylic macromolecule copolymerization object of this invention according to claim 2 consists of the aforementioned structural unit (A), and a structural unit (B) and the structural unit (C) which consists of acrylate which has a functional group to diisocyanate (meta), and is characterized by number average molecular weight being 4,000-100,000.

[0011] The aforementioned structural unit (C) For example, hydroxyalkyl (meta) acrylate (carbon numbers 2-4 of a hydroxyalkyl machine), Alkyl monochrome alkylene glycol (meta) acrylate (carbon numbers 1-12 of an alkyl group), Alkenyl monochrome alkylene glycol (meta) acrylate (carbon numbers 1-12 of an alkenyl machine), Alkyl ARUKENIRUMONO

alkylene glycol (meta) acrylate (carbon numbers 1-12 of an alkyl alkenyl machine), Alkyl polyalkylene glycol (meta) acrylate (the carbon numbers 1-12 of an alkyl group, carbon numbers 2-4 of a polyalkylene glycol machine), Alkenyl polyalkylene glycol (meta) acrylate (the carbon numbers 1-12 of an alkenyl machine, carbon numbers 2-4 of a polyalkylene glycol machine), It is at least one kind chosen from alkyl alkenyl polyalkylene glycol (meta) acrylate (the carbon numbers 1-12 of an alkyl alkenyl machine, carbon numbers 2-4 of a polyalkylene glycol machine).

[0012] The examples of the aforementioned hydroxyalkyl (meta) acrylate are 2-hydroxyethyl (meta) acrylate, 2-hydroxypropyl (meta) acrylate, and 2-hydroxy butyl (meta) acrylate. The example of the aforementioned alkyl (or alkenyl or alkyl alkenyl) monochrome (or poly) alkylene glycol (meta) acrylate Methoxy diethylene-glycol (meta) acrylate, methoxy propylene-glycol (meta) acrylate, n-butoxy ethylene glycol (meta) acrylate, 2-phenoxy ethyl (meta) acrylate, They are trioxyethylene nonyl-phenol (meta) acrylate, acetoacetoxylethyl (meta) acrylate, 2-hydroxy-3-phenoxy propyl (meta) acrylate, and a 2-(meta) bitter taste RIROIKISHI ethyl-2-hydroxyethyl-phthalic acid.

[0013] The leveling agent for powder coatings of this invention according to claim 4 uses as a component the copolymerization object which contains at least one sort of structural units (A) of alkyl (meta) acrylate and the alkenyl (meta) acrylate, and the structural unit (B) of the isocyanate denaturation acrylics which the monocarboxylic acid or the monoamine combined in a polymerization chain.

[0014] The functional group of the acrylate [as opposed to / like / diisocyanate in a structural unit (B)] (meta) which ***** according to claim 5 is denaturalized by diisocyanate, and the leveling agent for powder coatings according to claim 4 can be suitably carried out by being acrylate (meta) which combined the monocarboxylic acid or the monoamine. The functional group to diisocyanate is a hydroxyl and should just have this functional group in at least one set and the acrylate (meta) molecule. After making this functional group react with diisocyanate, it is made to react by the monocarboxylic acid or the monoamine, and well-known technique.

[0015] The structural unit (C) which consists of acrylate [further as opposed to / in the leveling agent for powder coatings of this invention according to claim 6 / including a structural unit (A) and a structural unit (B) / diisocyanate to the inside of the polymerization chain of a copolymerization object] (meta) which ***** is contained.

[0016] The leveling agent for powder coatings according to claim 6 can be suitably carried out by being those with acrylate (meta) which the functional group of the acrylate [as opposed to / like / diisocyanate in a structural unit (B)] (meta) which ***** according to claim 7 was denaturalized [those] by diisocyanate, and combined the monocarboxylic acid or the monoamine, and acrylate (meta) which the structural unit (C) left this functional group with native.

[0017] As diisocyanate suitable for the reaction with the acrylate (meta) to diisocyanate which ***** , there is a dimerization polymer of a - diphenylmethane G SOSHINATO, xylylene JIISHI cyanate, meta-xylylene diisocyanate, and tolylene G SOIANETO, 4, and 4 '4, 4'-methylene screw (cyclohexyl isocyanate), isophorone diisocyanate trimethyl hexamethylene di-isocyanate, 1, 5-naphthalene NIJISO cyanate, tolylene G SOIANETO, and these iso IANETO, for example. 2 and 4-tolylene G SOIANETO is desirable from the ease of carrying out of reaction control especially.

[0018] The congealing point of a copolymerization object has [the leveling agent for powder coatings of this invention] desirable 30 degrees C or more a passage according to claim 8. It is 40 degrees C or more still more preferably. Although it is easily mixable to powder coatings by the pulverization plain-gauze cone's in the congealing point being 30 degrees C or more, combination of carriers, such as a silica, a wax, etc. is needed in it being less than 30 degrees C at the time of the pulverization, and the increase in a side effect or an addition is needed with the compound.

[0019] Moreover, the leveling agent for powder coatings of this invention can carry out suitably the weight ratio of a structural unit (A) and a structural unit (B) a passage according to claim 9 with their being 30 - 80 weight section and 70 - 20 weight section.

[0020] The copolymerization object of this invention is obtained by copolymerizing one sort of the monomer of a structural unit (A) or two sorts or more, and the monomer of a structural unit (B). The monomer of a structural unit (A) and the monomer of the isocyanate denaturation acrylics which are the middle raw material of the monomer of a structural unit (B) are copolymerized as another technique, and even if it makes a monocarboxylic acid or a monoamine react to the diisocyanate machine of the copolymerization object, the target copolymerization object can be obtained. Furthermore, the monomer of a structural unit (A) and the monomer of the acrylate which has in a molecule a functional group to the diisocyanate which is the middle raw material of the monomer of a structural unit (B) (meta) are copolymerized, and after obtaining the copolymerization object which isocyanate-izes the copolymerization object and has an isocyanate machine, even if it makes a monocarboxylic acid or a monoamine react to the diisocyanate machine, the target copolymerization object can be obtained.

[0021] the leveling agent for powder coatings of this invention -- the molecular weight of a copolymerization object -- the leveling effect -- influence -- it is -- number average molecular weight -- 4,000-100,000 -- it compounds so that it may become the range of 6,000-50,000 preferably If modifiers, such as alkyl mercaptan, are used at this time, regulation of molecular weight will become easy.

[0022] The polymerization of the above-mentioned copolymerization can be carried out by the well-known method, for example, a solution polymerization method is common and usually continues preferably 70-150 degrees C of reactions with the reaction temperature of 80-130 degrees C under existence of a polymerization initiator in an inactive solvent for 4 to 8 hours for about 1 to 15 hours.

[0023] The copolymer generated as a use solvent is dissolved, and it is desirable after a polymerization to use an easily removable thing with vacuum concentration etc. As this solvent, acetic ester, such as an aromatic solvent of toluene, a xylene,

and Solvesso 100 grade, and butyl acetate, an isobutyl acetate, is desirable. As a polymerization initiator, the radical initiator which can be used for the usual radical polymerizations, such as organic peroxide, such as azo system compounds, such as an azobisisobutyronitril and dimethyl azobisisobutyrate, lauroyl peroxide, and diisopropylbenzene hydroperoxide, is used, for example.

[0024] Moreover, if the leveling agent for powder coatings of this invention uses together a degasifying agent, for example, a benzoin, in an expected copolymerization object, the good paint film appearance after paint will be acquired more. It may face adding it to powder coatings, using a copolymerization object as a leveling agent, and a copolymerization object can be made to be able to stick to a silica in order to make addition easy, or it can also mix with waxes, such as hydrogenation castor oil, and other additives may be added.

[0025]

[Effect of the Invention] According to this invention, the new acrylic macromolecule copolymerization object which has a use as a leveling agent for powder coatings was obtained. It is effective in order to adjust the fluidity of a paint and to raise the smooth nature and the gloss of a painted surface after the completion of paint by mixing this acrylic macromolecule copolymerization object in powder coatings until it hardens from immediately after paint.

[0026] It adds to powder coatings, and the leveling agent for powder coatings of this invention used as this acrylic macromolecule copolymerization object component has the good leveling nature of the painted field, and it is excellent in gloss. Moreover, this leveling agent does not have a bad influence on the paint film performance of a painted surface. Furthermore, the leveling agent for powder coatings of this invention is a plain-gauze cone about a configuration at fine particles, and can make addition to powder coatings easy.

[0027]

[Example] The following examples explain this invention to a detail further. However, this invention is not limited to these examples.

[0028] The butyl-acetate 300 section was put into the example 1 rotary-flow condensator, the thermometer, the agitator, and the polymerizer equipped with the dropping tub, and the mixture solution of the rate shown below was dropped over about 3 hours under nitrogen atmosphere in 110 degrees C. The after [a dropping end] azobisisobutyronitril 5 section was added, and it kept at 110 degrees C for 2 hours.

[0029]

Stearylacrylate 324 section METAKU roil isocyanate 111 section dodecyl mercaptan 10 section azobisisobutyronitril 15 section butyl acetate The stearin acid 281 section was added by 200 ***** , and it was made to half [3 hours and]-react at 110 degrees C. Temperature was raised to 130 degrees C after that, butyl acetate was distilled off under reduced pressure, and the target copolymerization object was obtained.

[0030] As a result of this copolymerization object's analyzing molecular weight distribution by the gel PAMYUEISHON chromatography (GPC) analysis apparatus (Snodex GPC System by Showa Denko K.K.), number average molecular weight was 9,300. In analysis of an infrared absorption spectrum, the absorption band of 2200cm-1 disappeared and disappearance of an isocyanate machine has been checked. The absorption band of 3310cm-1, 1645cm-1, and 1550cm-1 equivalent to amide group-CONH- existed, the absorption band of 1735cm-1 originating in the ester machine of acrylate existed, and composition of an expected copolymerization object has been checked. In analysis by differential scanning calorimeter DSC8230B by physical science electrical machinery incorporated company, the endothermic peak was looked at by 48.9 degrees C, and the check of the congealing point was completed.

[0031] The butyl-acetate 300 section was put in on the same conditions as example 2 example 1, after considering the monomer and the initiator as the following combination and copolymerizing them, it was made to react with the behenic acid 170 section, and the copolymerization object was obtained.

[0032]

2-ethylhexyl acrylate a 184 section 2-METAKURO yloxy ethyl isocyanate 78 section dodecyl mel -- a turnip -- tongue 10 section azobisisobutyronitril According to the same analysis as 2 section examples 1, this copolymerization significant work average molecular weight is 34,000. The isocyanate machine disappeared, the amide group and the ester machine existed, and composition of an expected copolymerization object has been checked. The congealing point is 43.5 degrees C.

[0033] The butyl-acetate 300 section was put in using the same equipment as example 3 example 1, the monomer and the initiator were considered as the following combination, and the polymerization of the monomer was carried out on an example 1 and these conditions.

[0034]

Stearylacrylate 324 section 2-hydroxyethyl acrylate 58 section dodecyl mercaptan 10 section azobisisobutyronitril It warmed to 80 more degrees C which cools to 40 degrees C, adds the tolylene diisocyanate 32 section, and is made to react by 2 ***** for 2 hours, and was made to react for 2 hours.

[0035] Next, it was made to react at 100 degrees C in addition for 2 hours 57g of stearin acid. Temperature was raised to 130 degrees C after that, butyl acetate was distilled off under reduced pressure, and the desired copolymerization object was obtained.

[0036] According to the same analysis as an example 1, this copolymerization significant work average molecular weight is 4,000. The absorption band of 3320cm-1, 1630cm-1, and 1560cm-1 originating in urea-bond-NHCONH- existed, and composition of an expected copolymerization object has been checked. The congealing point is 34.8 degrees C.

[0037] The butyl-acetate 300 section is put in using the same equipment as example 4 example 1, a monomer and an initiator are considered as the following combination, and it is ***** about a monomer at an example 1 and these conditions.

[0038]

Stearylacrylate 324 section 2-hydroxyethyl acrylate 58 section dodecyl mercaptan 10 section azobisisobutyronitril It cools to 40 degrees C of two sections, the tolylene diisocyanate 32 section is added, and it is made to react for 2 hours. It warmed and was made to react to 80 more degrees C for 2 hours (it is the same as an example 3 so far).

[0039] Next, the distearyl amine 100 section was added and it was made to react at 100 degrees C for 2 hours. Temperature was raised to 130 degrees C after that, under reduced pressure, butyl acetate was distilled off and the copolymerization object was obtained. The congealing point of this copolymerization object is 43.8 degrees C.

[0040] The monomer was considered as the following combination on the same conditions as example of comparison 1 example 1, and the copolymerization object of number average molecular weight 18,000 was obtained.

[0041]

2-ethylhexyl AKURIRE 50 Section dodecyl mercaptan 2.5 section azobisisobutyronitril 1 The monomer was considered as the following combination on the same conditions as example of section comparison 2 example 1, and the copolymerization object of number average molecular weight 31,000 was obtained.

[0042]

2-ethylhexyl acrylate 45 Section methoxy diethylene-glycol methacrylate 5 Section dodecyl mercaptan 0.5 section azobisisobutyronitril 1 Example of section comparison 3BYK360P (the acrylic polymer and the leveling agent for powder coatings which stuck to the special silica, product made from big KEMI) are used.

[0043] Example of comparison 4 hydrogenation castor oil (caster wax) is used.

[0044] the performance test was run having used ***'s as the leveling agent for the thing of each above-mentioned example and the example of comparison Polyester urethane powder coatings were adopted as powder coatings which mix a leveling agent.

[0045] The paint combination is as follows.

[0046]

** Fine Dick M-8020 82 Section ** KURERAN UI 15 Section ** Epiclon 2055 3 Section ** titanium oxide 50 Section ** benzoin A 0.3 section ** leveling agent 2.5 ***** 152.8 section ** fine Dick M-8020 : Polyester resin, ** KURERAN UI by Dainippon Ink & Chemicals, Inc. : A block isocyanate, ** Epiclon by Sumitomo Beyer urethane company 2055: -- an epoxy resin and the Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make -- ** leveling agent by ** TIPAQUE CR-93: Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd. -- the :examples 1-4, the example 1 of comparison - the 4 addition method, and the manufacture above-mentioned combination article of a paint Melting kneading was enough carried out further at the barrel temperature of 100 degrees C using the biaxial extruder MP-2015 type (APV Chemical Machinery, Inc. make) after mixture by the Henschel mixer (product made from the Mitsui Miike-ized ** Co.). After cooling and preparative isolation, the crusher ground further and **** and the passing material were used as the paint for performance evaluations at the wire gauze of 105 micrometers of openings.

[0047] The electrostatic coater (GX-3300S, Onoda Cement Co., Ltd. make) was used, about 8g of the above-mentioned paints was applied to the SPCC-B dull steel sheet (100mmx200mm) in which the sample for an examination carried out the creation (paint) method degreasing, baking hardening was carried out at 190 degrees C for 20 minutes, and the sample for performance tests was obtained.

[0048] The examination of test-method gloss measured the gloss (gross) of the paint film in 60 degrees C and 20 degrees C with the digital glossmeter by the Murakami color company about each sample for performance tests obtained by the above. Leveling nature (smooth nature) is Ra in center line average coarseness at surface roughness configuration measurement machine surfboard COM 590-3D (Tokyo Seimitsu Co., Ltd. make) while observing a paint film visually per each sample similarly. It asked for maximum height Rmax and the ten-point average of roughness height Rz (all apply to JISB 0601-1982). Moreover, the paint film defect observed each sample visually, and counted the number of crawling.

[0049] The test result to each sample examined by the test-result above-mentioned test method is shown in the following table 1. As shown in Table 1, the sample for performance tests which used the Loewe Lynne agent of the examples 1-4 which apply this invention also about gloss, the paint film defect (soon number), and which examination item of leveling nature was superior to SAMPURUBU for performance tests which used the Loewe Lynne agent of the inapplicable examples 1-4 of comparison, and the sample for performance tests of a rank (powder coating without the Loewe Lynne agent) in this invention.

[0050]

[Table 1]

表-1 試験結果

| レベリング剤 | 塗膜欠陥 (はじき数) | 60° | 20° | レベリング性 | | |
|--------|----------------|------|------|----------------|------------------|----------------|
| | | 光沢 | 光沢 | R _a | R _{max} | R _z |
| ブランク | 多数 | 56.4 | 16.1 | 0.182 | 14.2 | 9.5 |
| 実施例 1 | 無し | 99.0 | 93.0 | 0.031 | 2.1 | 1.3 |
| 実施例 2 | 無し | 93.0 | 78.0 | 0.051 | 2.5 | 1.8 |
| 実施例 3 | 無し | 92.6 | 76.0 | 0.041 | 2.8 | 2.0 |
| 実施例 4 | 無し | 93.0 | 78.0 | 0.042 | 2.4 | 2.1 |
| 比較例 1 | 無し | 85.3 | 51.0 | 0.157 | 6.2 | 3.3 |
| 比較例 2 | 無し | 85.0 | 50.1 | 0.160 | 7.4 | 3.8 |
| 比較例 3 | 1~2 | 91.1 | 50.5 | 0.088 | 2.9 | 2.5 |
| 比較例 4 | 5~10 | 77.7 | 47.6 | 0.150 | 10.5 | 5.8 |

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-158336

(43) 公開日 平成10年(1998) 6月16日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 0 8 F 220/00

C 0 8 F 220/00

C 0 9 D 5/03

C 0 9 D 5/03

7/06

7/06

133/00

133/00

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平8-321642

(22) 出願日

平成8年(1996)12月2日

(71) 出願人 000162076

共栄社化学株式会社

大阪府大阪市中央区南本町2丁目6番12号

サンマリオン大阪ビル

(72) 発明者 小坂 薫

奈良県橿井市大字大西796

(72) 発明者 浦松 幸夫

京都府城陽市富野堀口154番地の96

(74) 代理人 弁理士 小宮 良雄

(54) 【発明の名称】 アクリル系高分子共重合物とその共重合物を成分とする粉体塗料用レベリング剤

(57) 【要約】

【課題】粉体塗料用レベリング剤として有用な新規物質、その新規物質を成分とする粉体塗料用レベリング剤を提供する。

【解決手段】アルキル基の炭素数が2～22のアルキル(メタ)アクリレートおよびアルケニル基の炭素数が2～22アルケニル(メタ)アクリレートのうちの少なくとも1種の構造単位(A)と、モノカルボン酸またはモノアミンが結合したイソシアネート変性アクリル類の構造単位(B)とからなり、数平均分子量が4,000～100,000であるアクリル系高分子共重合物は、粉体塗料用レベリング剤の成分として適している。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルキル基の炭素数が2～22のアルキル(メタ)アクリレートおよびアルケニル基の炭素数が2～22アルケニル(メタ)アクリレートのうちの少なくとも1種の構造単位(A)と、モノカルボン酸またはモノアミンが結合したイソシアネート変性アクリル類の構造単位(B)とからなり、数平均分子量が4,000～100,000であることを特徴とするアクリル系高分子共重合体。

【請求項2】 請求項1に記載の構造単位(A)と、同じく構造単位(B)と、ジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートからなる構造単位(C)とからなり、数平均分子量が4,000～100,000であることを特徴とするアクリル系高分子共重合体。

【請求項3】 前記構造単位(C)がヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート(ヒドロキシアルキル基の炭素数2～4)、アルキルモノアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキル基の炭素数1～12)、アルケニルモノアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルケニル基の炭素数1～12)、アルキルアルケニルモノアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキルアルケニル基の炭素数1～12)、アルキルポリアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキル基の炭素数1～12、ポリアルキレングリコール基の炭素数2～4)、アルケニルポリアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルケニル基の炭素数1～12、ポリアルキレングリコール基の炭素数2～4)、アルキルアルケニルポリアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキルアルケニル基の炭素数1～12、ポリアルキレングリコール基の炭素数2～4)から選ばれる少なくとも1種類であることを特徴とする請求項2に記載のアクリル系高分子共重合体。

【請求項4】 アルキル(メタ)アクリレートおよびアルケニル(メタ)アクリレートのうちの少なくとも1種の構造単位(A)と、モノカルボン酸またはモノアミンが結合したイソシアネート変性アクリル類の構造単位(B)とを、重合鎖中に含む共重合体を成分とする粉体塗料用レベリング剤。

【請求項5】 構造単位(B)がジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートの官能基をジイソシアネートで変性し、モノカルボン酸またはモノアミンを結合させた(メタ)アクリレートであることを特徴とする請求項4に記載の粉体塗料用レベリング剤。

【請求項6】 前記重合鎖中にジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートからなる構造単位(C)が含まれている共重合体を成分とすることを特徴とする請求項4に記載の粉体塗料用レベリング剤。

【請求項7】 構造単位(B)がジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートの官能基をジイソシアネートで変性してモノカルボン酸またはモノアミンを結合させた(メタ)アクリレートあり、構造単位

(C)が該官能基を未変性のまま残した(メタ)アクリレートであることを特徴とする請求項6に記載の粉体塗料用レベリング剤。

【請求項8】 該共重合体の凝固点が30℃以上であることを特徴とする請求項4または6に記載の粉体塗料用レベリング剤。

【請求項7】 構造単位(A)と構造単位(B)の重量比が30～80重量部と70～20重量部であることを特徴とする請求項4または6に記載の粉体塗料用レベリング剤。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、新規なアクリル系高分子共重合体とその共重合体を成分とする粉体塗料用レベリング剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】非水系塗料、特に粉体塗料は、一般にレベリング性が劣るため、高外観を要求される用途には使用が困難であった。しかし、最近では環境汚染対策から、溶剤系塗料に代わるものとして粉体塗料の用途が拡大してきており、それに伴いより高性能なレベリング剤が求められている。

【0003】このため従来よりアクリル系レベリング剤が提案されている。例えば特公昭44-9570号公報には非溶剤液体塗料に適したレベリング剤について記載されている。粉体塗料のレベリング剤については、例えば特開昭59-84954公報にアマイドワックスと(メタ)アクリレート系共重合体の混合物が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし従来の粉体塗料のレベリング剤は、ある程度のレベリング効果は認められるものの、溶剤系塗料におけるレベリング剤の使用効果に比べると著しく劣った塗装外観しか得られていない。このため粉体塗料の用途が限定される一因となっている。

【0005】本発明は上記従来の問題点を解決するものであり、粉体塗料用レベリング剤として有用な新規物質を提供し、さらにはその新規物質を成分とする粉体塗料用レベリング剤を提供するものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の発明者は、アクリル系高分子重合体が塗料、特に粉体塗料においてレベリング剤として有効であることを予測し、その予測のもとに各種のアクリル系高分子重合体、共重合体を合成し、粉体塗料用レベリング剤としての性能評価実験を行った結果、優れた性能を有する新規なアクリル系高分子共重合体を見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】本発明の請求項1に記載のアクリル系高分子共重合体は、アルキル基の炭素数が2～22のアルキ

ル(メタ)アクリレートおよびアルケニル基の炭素数が2~22アルケニル(メタ)アクリレートのうちの少なくとも1種の構造単位(A)と、モノカルボン酸またはモノアミンが結合したイソシアネート変性アクリル類の構造単位(B)とからなり、数平均分子量が4,000~100,000であることを特徴とする。

【0008】構造単位(A)のアルキル(メタ)アクリレート、アルケニル(メタ)アクリレートとして、例えばメチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、n-プロピル(メタ)アクリレート、イソプロピル(メタ)アクリレート、n-ブチル(メタ)アクリレート、イソブチル(メタ)アクリレート、ヘキシル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、イソデシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレートが挙げられる。なかでもラウリル(メタ)アクリレート、ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレートが粉体塗料用レベリング剤としての用途に好ましい。

【0009】構造単位(B)のイソシアネート変性アクリル類には、例えば2-イソシアネートエチルメタクリレート、メタクロイルイソシアネートがある。さらに構造単位(B)のイソシアネート変性アクリル類に結合するモノカルボン酸としては、炭素数12以上が好ましく、例えばラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸、安息香酸等がある。同じくモノアミンとしては、1級または2級のものが良く、ラウリルアミン、ステアリルアミン、オレイルアミン、ベンジルアミン、アニリン、ジステアリルアミン等がある。

【0010】本発明の請求項2に記載のアクリル系高分子共重合物は、前記の構造単位(A)と、構造単位(B)と、ジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートからなる構造単位(C)とからなり、数平均分子量が4,000~100,000であることを特徴とする。

【0011】前記構造単位(C)は、例えばヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート(ヒドロキシアルキル基の炭素数2~4)、アルキルモノアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキル基の炭素数1~12)、アルケニルモノアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルケニル基の炭素数1~12)、アルキルアルケニルモノアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキルアルケニル基の炭素数1~12)、アルキルポリアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキル基の炭素数1~12、ポリアルキレングリコール基の炭素数2~4)、アルケニルポリアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルケニル基の炭素数1~12、ポリアルキレングリコール基の炭素数2~

4)、アルキルアルケニルポリアルキレングリコール(メタ)アクリレート(アルキルアルケニル基の炭素数1~12、ポリアルキレングリコール基の炭素数2~4)から選ばれる少なくとも1種類である。

【0012】前記ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレートの具体例は、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレートである。前記アルキル(またはアルケニルまたはアルキルアルケニル)モノ(またはポリ)アルキレングリコール(メタ)アクリレートの具体例は、メトキシジエチレングリコール(メタ)アクリレート、メトキシプロピレングリコール(メタ)アクリレート、n-ブトキシエチレングリコール(メタ)アクリレート、2-フェノキシエチル(メタ)アクリレート、トリオキシエチレノニルフェノール(メタ)アクリレート、アセトアセトキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル(メタ)アクリレート、2-(メタ)アクリロキシエチル-2-ヒドロキシエチル-フタル酸である。

【0013】本発明の請求項4に記載の粉体塗料用レベリング剤は、アルキル(メタ)アクリレートおよびアルケニル(メタ)アクリレートのうちの少なくとも1種の構造単位(A)と、モノカルボン酸またはモノアミンが結合したイソシアネート変性アクリル類の構造単位(B)とを、重合鎖中に含む共重合物を成分とするものである。

【0014】請求項5に記載のように、構造単位(B)がジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートの官能基をジイソシアネートで変性し、モノカルボン酸またはモノアミンを結合させた(メタ)アクリレートであることにより請求項4に記載の粉体塗料用レベリング剤は好適に実施できる。ジイソシアネートに対する官能基は、例えばヒドロキシル基であり、かかる官能基を少なくとも1基、(メタ)アクリレート分子内に有していればよい。この官能基をジイソシアネートと反応させた後、モノカルボン酸またはモノアミンと公知の手法により反応させる。

【0015】本発明の請求項6に記載の粉体塗料用レベリング剤は、共重合物の重合鎖中に構造単位(A)と、構造単位(B)とを含み、さらにジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートからなる構造単位(C)が含まれている。

【0016】請求項7に記載のように、構造単位(B)がジイソシアネートに対する官能基を有する(メタ)アクリレートの官能基をジイソシアネートで変性してモノカルボン酸またはモノアミンを結合させた(メタ)アクリレートあり、構造単位(C)が該官能基を未変性のまま残した(メタ)アクリレートであることにより請求項6に記載の粉体塗料用レベリング剤は好適に実施できる。

【0017】ジイソシアネートに対する官能基有する(メタ)アクリレートとの反応に適したジイソシアネートとしては、例えばトリレンジイソシアネート、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、メタキシリレンジイソシアネート、4,4'-メチレンビス(シクロヘキシルイソシアネート)、イソホロンジイソシアネートトリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、1,5-ナフタレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、およびこれらイソシアネートの2量体重合体がある。中でも反応制御のし易さから2,4-トリレンジイソシアネートが好ましい。

【0018】本発明の粉体塗料用レベリング剤は、請求項8に記載のとおり、共重合物の凝固点は30℃以上が好ましい。さらに好ましくは40℃以上である。凝固点が30℃以上であると粉末化しやすいので粉体塗料へ容易に混入できるが、30℃未満であると粉末化時にシリカ等のキャリアーやワックス等の配合が必要となり、その配合物により副作用や添加量の増加が必要になったりする。

【0019】また本発明の粉体塗料用レベリング剤は、請求項9に記載のとおり、構造単位(A)と構造単位(B)の重量比は30～80重量部と70～20重量部であると好適に実施できる。

【0020】本発明の共重合物は、構造単位(A)の単量体の1種または2種以上と、構造単位(B)の単量体を共重合することにより得られる。別な手法として構造単位(A)の単量体と、構造単位(B)の単量体の中間原料であるイソシアネート変性アクリル類の単量体とを共重合しておき、その共重合物のジイソシアネート基にモノカルボン酸またはモノアミンを反応させても目的の共重合物を得ることができる。さらには、構造単位(A)の単量体と、構造単位(B)の単量体の中間原料であるジイソシアネートに対する官能基を分子内に有する(メタ)アクリレートの単量体とを共重合しておき、その共重合物をイソシアネート化してイソシアネート基を有する共重合物を得た後、そのジイソシアネート基にモノカルボン酸またはモノアミンを反応させても目的の共重合物を得ることができる。

【0021】本発明の粉体塗料用レベリング剤は、共重合物の分子量によりレベリング効果に影響があり、数平均分子量が4,000～100,000、好ましくは6,000～50,000の範囲となるように合成する。このときアルキルメルカプタン等の重合調整剤を使用すると分子量の調節が容易となる。

【0022】上記の共重合は、公知の方法で重合することができ、例えば溶液重合法が一般的で、不活性溶剤中で重合開始剤の存在下に通常70～150℃、好ましくは80～130℃の反応温度で約1～15時間、好ましくは4～8時間反応を続ける。

【0023】使用溶剤としては生成する共重合体を溶解

し、かつ重合後、減圧濃縮等で容易に除去できるものを使用することが望ましい。かかる溶剤としては、トルエン、キシレン、ソルベッソ100等の芳香族溶剤や酢酸ブチル、酢酸イソブチル等の酢酸エステルが望ましい。重合開始剤としては、例えばアゾビスイソブチロニトリル、ジメチルアゾビスイソブチレート等のアゾ系化合物、ラウロイルパーオキサイド、ジイソプロピルベンゼンハイドロパーオキサイド等の有機過酸化化合物など、通常のラジカル重合に使用できるラジカル開始剤が使用される。

【0024】また本発明の粉体塗料用レベリング剤は、所期の共重合体に脱ガス剤、例えばベンズインを併用するとより、塗装後の良好な塗膜外観が得られる。共重合物をレベリング剤として粉体塗料に添加するに際し、添加を容易にする目的で共重合物をシリカに吸着させたり、水素添加ひまし油等のワックスと混合することでもできるし、その他の添加剤を加えてもよい。

【0025】

【発明の効果】本発明によれば、粉体塗料用レベリング剤としての用途を有する新規なアクリル系高分子共重合物が得られた。このアクリル系高分子共重合物を粉体塗料に混入することで、塗装直後から硬化するまでの間、塗料の流動性を調整し、塗装完了後の塗装面の平滑性および光沢を高めるために有効である。

【0026】かかるアクリル系高分子共重合物成分とする本発明の粉体塗料用レベリング剤は、粉体塗料に添加し、塗装した面のレベリング性が良好で、光沢に優れている。また、このレベリング剤は、塗装面の塗膜性能に悪影響を与えないものである。さらに本発明の粉体塗料用レベリング剤は、形状を粉体にしやすいので、粉体塗料への添加を容易にすることができる。

【0027】

【実施例】本発明を以下の実施例によりさらに詳細に説明する。しかしながら、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0028】実施例1

環流冷却器、温度計、攪拌機、および滴下槽を備えた重合装置に酢酸ブチル300部を入れ、窒素雰囲気下で、以下に示す割合の混合物溶液を110℃において約3時間かけて滴下した。滴下終了後アゾビスイソブチロニトリル5部を加え110℃に2時間保った。

【0029】

| | |
|---------------|------|
| ステアリルアクリレート | 324部 |
| メタクロイルイソシアネート | 111部 |
| ドデシルメルカプタン | 10部 |
| アゾビスイソブチロニトリル | 15部 |
| 酢酸ブチル | 200部 |

次いで、ステアリン酸281部を加え、110℃にて3時間半反応させた。その後130℃まで温度を上げ減圧下に酢酸ブチルを留去し、目的の共重合物を得た。

【0030】この共重合物は、ゲル・パーミュエーション・クロマトグラフィ（GPC）分析装置（昭和電工株式会社製 Snodex GPC System）で分子量分布の分析をした結果、数平均分子量が9,300であった。赤外線吸収スペクトルの分析では、2200 cm^{-1} の吸収帯が消えてイソシアネート基の消失が確認できた。アミド基-CONH-に相当する3310 cm^{-1} 、1645 cm^{-1} 、1550 cm^{-1} の吸収帯が存在し、アクリレートのエステル基に由来する1735 cm^{-1} の吸収帯が存在し、所期の共重合物の合成が確認できた。理学電機株式会社製の示差走査熱量計DSCS230Bによる分析では48.9℃に吸熱ピークが見られ、凝固点の確認ができた。

【0031】実施例2

実施例1と同様の条件で酢酸ブチル300部を入れ、単量体および開始剤を下記配合とし共重合したあと、ベヘニン酸170部と反応させて共重合物を得た。

【0032】

2-エチルヘキシルアクリレート 184部
2-メタクロイルオキシエチルイソシアネート 78部
ドデシルメルカプタン 10部
アゾビスイソブチロニトリル 2部

実施例1と同様の分析によれば、この共重合物の数平均分子量は34,000である。イソシアネート基の消失し、アミド基、エステル基が存在し、所期の共重合物の合成が確認できた。凝固点は43.5℃である。

【0033】実施例3

実施例1と同様の装置を用い酢酸ブチル300部を入れ、単量体および開始剤を下記配合とし、実施例1と同条件で単量体を重合した。

【0034】

ステアリルアクリレート 324部
2-ヒドロキシエチルアクリレート 58部
ドデシルメルカプタン 10部
アゾビスイソブチロニトリル 2部

次いで、40℃まで冷却し、トリレンジイソシアネート32部を加え2時間反応させる、さらに80℃まで加温し2時間反応させた。

【0035】次にステアリン酸57gを加え100℃にて2時間反応させた。その後130℃まで温度を上げ減圧下に酢酸ブチルを留去し、所望の共重合物を得た。

【0036】実施例1と同様の分析によれば、この共重合物の数平均分子量は4,000である。尿素結合-NHCONH-に由来する3320 cm^{-1} 、1630 cm^{-1} 、1560 cm^{-1} の吸収帯が存在し、所期の共重合物の合成が確認できた。凝固点は34.8℃である。

【0037】実施例4

実施例1と同様の装置を用い酢酸ブチル300部を入れ、単量体および開始剤を下記配合とし実施例1と同条件で単量体を重合した。

【0038】

ステアリルアクリレート 324部
2-ヒドロキシエチルアクリレート 58部
ドデシルメルカプタン 10部
アゾビスイソブチロニトリル 2部

40℃まで冷却し、トリレンジイソシアネート32部を加え2時間反応させる。さらに80℃まで加温し2時間反応させた（ここまでは実施例3と同じ）。

【0039】次にジステアリルアミン100部を加え100℃にて2時間反応させた。その後130℃まで温度を上げ減圧下に酢酸ブチルを留去し共重合物を得た。この共重合物の凝固点は43.8℃である。

【0040】比較例1

実施例1と同様の条件で単量体を下記配合とし数平均分子量18,000の共重合物を得た。

【0041】

2-エチルヘキシルアクリレート 50部
ドデシルメルカプタン 2.5部
アゾビスイソブチロニトリル 1部

比較例2

実施例1と同様の条件で単量体を下記配合とし数平均分子量31,000の共重合物を得た。

【0042】

2-エチルヘキシルアクリレート 45部
メトキシジエチレングリコール
メタクリレート 5部
ドデシルメルカプタン 0.5部
アゾビスイソブチロニトリル 1部

比較例3

BYK360P（特殊なシリカに吸着したアクリルポリマー、粉体塗料用レベリング剤、ビッケミー社製）を使用する。

【0043】比較例4

水素添加ひまし油（カスターワックス）を使用する。

【0044】上記各実施例、比較例のものをものをレベリング剤として性能試験をした。レベリング剤を混入する粉体塗料としてポリエステルウレタン粉体塗料を採用した。

【0045】塗料配合は以下のとおりである。

【0046】

①ファインディックM-8020 82部
②クレランUI 15部
③エビクロン2055 3部
④酸化チタン 50部
⑤ベンザイン 0.3部
⑥レベリング剤 2.5部
計 152.8部

①ファインディックM-8020：ポリエステル樹脂、大日本インキ化学工業社製

②クレランUI：ブロックイソシアネート、住友バイエ

ルウレタン社製

③エピクロン2055：エポキシ樹脂、大日本インキ化学工業社製

④タイペークCR-93：石原産業社製

⑤レベリング剤：実施例1～4、比較例1～4

添加方法および塗料の調製

上記配合品をヘンシェルミキサー（三井三池化工社製）で十分混合後さらに2軸押し出し機MP-2015型（APVケミカルマシナリー社製）を用いバレル温度100℃にて熔融練合した。冷却、分取後、さらに粉砕器にて粉砕し、目開き105 μ mの金網で篩い、通過分を性能評価用の塗料とした。

【0047】試験用サンプルの作成（塗装）方法

脱脂したSPCC-Bダル鋼板（100mm×200mm）に上記塗料を静電塗装機（GX-3300S、小野田セメント社製）を用いて約8g塗布し、190℃にて20分焼き付け硬化させ、性能試験用サンプルを得た。

【0048】試験方法

光沢の試験は、上記により得られた性能試験用の各サンプルにつき、60℃および20℃における塗膜の光沢

（グロス）を村上色彩社製デジタル光沢計で測定した。レベリング性（平滑性）は、同じく各サンプルにつき塗膜を目視にて観察するとともに、表面粗さ形状測定機サーフコム590-3D（東京精密社製）で中心線平均粗さRa、最大高さRmax、十点平均粗さRz（いずれもJISB0601-1982に準ずる）を求めた。また塗膜欠陥は、各サンプルを目視にて観察し、はじきの数をかぞえた。

【0049】試験結果

上記試験方法によって試験された各サンプルに対する試験結果は下記の表1に示してある。表1から分かるように、光沢、塗膜欠陥（はじき数）、レベリング性のいずれの試験項目についても、本発明を適用する実施例1から4のレベリン剤を使用した性能試験用サンプルは、本発明を適用外の比較例1から4のレベリン剤を使用した性能試験用サンプルおよびランク（レベリン剤なしの粉体塗装）の性能試験用サンプルより優れていた。

【0050】

【表1】

表-1 試験結果

| レベリング剤 | 塗膜欠陥 (はじき数) | 60° 光沢 | 20° 光沢 | レベリング性 | | |
|--------|----------------|-----------|-----------|--------|------|-----|
| | | | | Ra | Rmax | Rz |
| ブランク | 多数 | 56.4 | 16.1 | 0.182 | 14.2 | 9.5 |
| 実施例 1 | 無し | 99.0 | 93.0 | 0.031 | 2.1 | 1.3 |
| 実施例 2 | 無し | 93.0 | 78.0 | 0.051 | 2.5 | 1.8 |
| 実施例 3 | 無し | 92.6 | 76.0 | 0.041 | 2.8 | 2.0 |
| 実施例 4 | 無し | 93.0 | 78.0 | 0.042 | 2.4 | 2.1 |
| 比較例 1 | 無し | 85.3 | 51.0 | 0.157 | 6.2 | 3.3 |
| 比較例 2 | 無し | 85.0 | 50.1 | 0.160 | 7.4 | 3.8 |
| 比較例 3 | 1～2 | 91.1 | 50.5 | 0.088 | 2.9 | 2.5 |
| 比較例 4 | 5～10 | 77.7 | 47.6 | 0.150 | 10.5 | 5.8 |